BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PRIORITY

PRIORITY

DOCUMENT

DOCUMENT (b)

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN (b)

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN (b)

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN (b)

COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 0 5 JAN 2005
WIPO PCT

PCT/EPO4/13564

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

103 60 087.6

Anmeldetag:

20. Dezember 2003

Anmelder/Inhaber:

Degussa AG, 40474 Düsseldorf/DE

Bezeichnung:

Flammenhydrolytisch hergestelltes, hochoberflächi-

ges Aluminiumoxidpulver

IPC:

C 01 F 7/30

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 21. Oktober 2004

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Schäfel

A 9161 03/00 EDV-1

Flammenhydrolytisch hergestelltes, hochoberflächiges Aluminiumoxidpulver

Die vorliegende Erfindung betrifft ein flammenhydrolytisch 5 hergestelltes, hochoberflächiges Aluminiumoxidpulver, dessen Herstellung und Verwendung.

Es ist bekannt, Aluminiumoxidpulver mittels pyrogenen Verfahren herzustellen. Unter pyrogenen Verfahren sind die Flammenhydrolyse, bei der ein Aluminiumhalogenid, in der Regel Aluminiumchlorid, bei hohen Temperaturen unter Bildung von Aluminiumoxid und Salzsäure gemäß Gl. 1

- $2 \text{ AlCl}_3 + 3 \text{ H}_2\text{O} -> \text{Al}_2\text{O}_3 + 6 \text{ HCl (Gl.1)}$
- $4 \text{ AlCl}_3 + 3 O_2 \rightarrow 2 \text{ Al}_2O_3 + 6 \text{ Cl}_2 \text{ (Gl. 2)}$

hydrolysiert wird.

25

30

15 Auf diese Art und Weise wird beispielsweise Aluminiumoxid C, Degussa AG, hergestellt. Aluminiumoxid C besitzt eine Oberfläche von ca. 90 m²/g.

Ein weiteres, flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver stammt von der Fa. Cabot. Es besitzt eine BET-Oberfläche von 55 m2/g und weist ca. 56% theta-, 20% delta-Kristallmodifikationen, neben 24% amorphen Bestandteilen auf.

EP-A-1083151 beschreibt ein Aluminiumoxidpulver mit einer BET-Oberfläche von mehr als 115 m2/g, welches gleichzeitig eine Sears-Zahl von mehr als 8 ml/2g aufweist und dessen Dibutylphtalatabsorption nicht bestimmbar ist. Das Ausführungsbeispiel beschreibt ein Pulver mit einer BET-Oberfläche von 121 m²/g, einer Sears-Zahl von 9,38 ml/2g.

In US 3663283 wird ein flammenhydrolytisches Verfahren zur Herstellung von Metalloxidpulvern beschrieben. Es wird zwar

10

15

20

25

30

ein Ausführungsbeispiel zu Aluminiumoxid gegeben, welches jedoch nur als feinteilig mit enger Partikelverteilung beschrieben wird. Weitere Angaben werden nicht gemacht.

In US 5527423 wird eine Dispersion, welche gefälltes oder flammenhydroltisch hergestelltes Aluminiumoxid mit einer BET-Oberfläche von 40 bis 430 m2/g enthält, beansprucht. Es wird jedoch nicht offenbart, wie solche Aluminiumoxidpulver erhalten werden. In den Ausführungsbeispielen werden Aluminiumoxidpulver mit einer BET-Oberfläche nur in dem engen Bereich von 55 bis $100~\text{m}^2/\text{g}$ offenbart.

In EP-A-1256548 werden Aluminiumoxidpartikel mit einem mittleren Primärpartikeldurchmesser von 5 bis 100 nm und einem mittleren Aggregatdurchmesser von 50 bis 80 nm. Dabei können die Partikel amorph oder kristallin sein. Der Anteil der Partikel, welche größer als 45 μ m sind, beträgt vorzugsweise 0,05 Gew.-% oder weniger. Diese Aluminiumoxidpartikel sollen durch eine Gasphasenreaktion von Aluminiumchlorid mit Sauerstoff und/oder Wasserdampf, wobei die Reaktanden vorerhitzt werden, bei Temperaturen von ca. 800°C und nachfolgender Abtrennung des gebildeten Aluminiumoxides von gasförmigen Stoffen erhalten werden können. Sauerstoff, Wasser und Sauerstoff-Wassergemische sollen dabei als Oxidationsmittel wirken.

Bei dieser Reaktion handelt es sich zwar um ein Gasphasenreaktion, jedoch nicht um eine Flammenhydrolyse oder Flammenoxidation. Das nach EP-A-1256548 erhaltene Pulver hat eine andere Struktur und andere Eigenschaften als eines durch Flammenhydrolyse oder Flammenoxidation erhaltenes. Beispielsweise kann der Anteil an Chlorid bis zu mehrere Gew.-% betragen. Das Pulver kann eine unerwünschte Graufärbung aufweisen, die auf Bestandteile an Aluminiumoxychlorid in Folge unvollständiger Umsetzung von Aluminiumchlorid zurückzuführen sein können.

10

Es sind zahlreiche Verwendungsmöglichkeiten von Aluminiumoxidpulvern bekannt. In der Papierindustrie, insbesondere bei Ink-Jet-Papieren, finden sie Verwendung. Aluminiumoxidpulver beeinflussen untere anderem den Glanz, die Farbbrillanz, die Haftung, die Tintenabsorption. Die steigenden Anforderungen an Ink-Jet-Papiere verlangen eine Verbesserung der Werte dieser Parameter.

Aluminiumoxidpulver werden weiterhin als Abrasiv in Dispersionen zum Polieren von oxidischen und metallischen Schichten in der Elektronikindustrie eingesetzt (Chemischmechanisches Polieren, CMP). Auch hier erfordert die fortschreitenden Miniaturisierung der Bauteile maßgeschneiderte Abrasive, die es erlauben Oberflächen im Nanometerbereich ohne Kratzer zu polieren.

Aufgabe der Erfindung ist die Bereitstellung eines Aluminiumoxidpulvers, welches den gestiegenen Anforderungen in den Bereichen Ink-Jet und CMP gerecht wird. Insbesondere soll es leicht und mit hohen Füllgraden in Dispersionen einarbeitbar sein. Aufgabe der Erfindung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Pulvers.

- Gegenstand der Erfindung ist ein flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver, bestehend aus Aggregaten von Primärpartikeln, welches dadurch gekennzeichnet ist,
- 25 dass

30

- es eine BET-Oberfläche von 100 bis 250 m²/g aufweist,
- die Dibutylphthalatabsorption 50 bis 450 g/100 g Aluminiumoxidpulver beträgt, und dass auf
- hochauflösenden TEM-Aufnahmen ausschließlich kristalline Primärpartikel zeigt.

Vorzugsweise hat das erfindungsgemäße Aluminiumoxidpulver eine OH-Dichte von 8 bis 12 $\mathrm{OH/nm^2}$.

20

25

30

Der Chloridgehalt des erfindungsgemäßen Aluminiumoxidpulvers ist bevorzugt kleiner als 1,5 Gew.-%.

Weiterhin ist bevorzugt, wenn der Anteil von Partikeln mit einem Durchmesser von mehr als 45 μm in einem Bereich von 0,001 bis 0,05 Gew.-% liegt.

Weiterhin bevorzugt kann ein erfindungsgemäßes Aluminiumoxidpulver sein, welches im Röntgendiffraktogramm bei einem Winkel 2 Theta von 67° eine Intensität, ausgedrückt als Zählrate, von mehr als 50 aufweist.

Ein solches Aluminiumoxidpulver kann im Röntgendiffraktogramm die Signale von gamma-, thetaund/oder delta-Aluminiumoxid aufweisen, wobei das Signal von gamma-Aluminiumoxid in der Regel das intensivste ist.

Weiterhin kann das erfindungsgemäße Aluminiumoxidpulver im Röntgendiffraktogramm, bei einem Winkel 2 Theta von 67°, eine Intensität, ausgedrückt als Zählrate, von weniger als 50 aufweist. Ein solches Pulver ist weitestgehend röntgenamorph.

Bevorzugt kann ein Aluminiumoxidpulver sein, welches

- bei dem die BET-Oberfläche 120 bis 200 m²/g, die Dibutylphthalatabsorption 150 bis 350 g/100 g Aluminiumoxidpulver, die OH-Dichte von 8 bis 12 OH/nm² beträgt, und welches
- in hochauflösenden TEM-Aufnahmen nur kristalline Primärpartikel zeigt, und
- im Röntgendiffraktogramm bei einem Winkel 2 Theta von 67° Signale mit einer Intensität, ausgedrückt als Zählrate, von mehr als 50 hat, und
- Signale von gamma-, theta- und/oder delta- Aluminiumoxid aufweist.

Besonders bevorzugt ist bei einem solchen Pulver eine BET- Oberfläche 125 bis $150~\text{m}^2/\text{g}$.

10

15

20

Bevorzugt kann ferner ein Aluminiumoxidpulver sein, welches

- bei dem die BET-Oberfläche 120 bis 200 m²/g, die Dibutylphthalatabsorption 150 bis 350 g/100 g Aluminiumoxidpulver, die OH-Dichte von 8 bis 12 OH/nm² beträgt, welches in
 - hochauflösenden TEM-Aufnahmen nur kristalline Primärpartikel zeigt und
 - im Röntgendiffraktogramm bei einem Winkel 2 Theta von 67° eine Intensität, ausgedrückt als Zählrate, von weniger als 50 aufweist.

Besonders bevorzugt ist bei einem solchen Pulver eine BET-Oberfläche von 135 bis 190 m²/g.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Aluminiumoxidpulvers, bei dem man

- Aluminiumchlorid verdampft, den Dampf mittels eines Traggases in eine Mischkammer überführt und
- getrennt hiervon Wasserstoff, Luft (Primärluft), die gegebenenfalls mit Sauerstoff angereichert und/oder vorerhitzt sein kann, in die Mischkammer überführt, anschließend
- das Gemisch aus Aluminiumchloriddampf, Wasserstoff und Luft und in einem Brenner zündet und die Flamme in eine von der Umgebungsluft abgetrennte Reaktionskammer
- 25 hinein verbrennt,
 - anschließend den Feststoff von gasförmigen Stoffen abtrennt, und
 - nachfolgend den Feststoff mit Wasserdampf und gegebenenfalls Luft behandelt, wobei
- 30 die Austrittsgeschwindigkeit des Reaktionsgemisches aus der Mischkammer in den Reaktionsraum mindestens 10 m/s beträgt, und
 - der lambda-Wert zwischen 1 und 10 und
 - der gamma-Wert zwischen 1 und 15 liegt.

10

15

20

25

30

Durch Variation der Aluminiumchloridkonzentration im Gasstrom kann die Struktur der erfindungsgemäßen Aluminiumoxidpulver hinsichtlich ihres röntgenkristallinen oder röntgenamorphen Zustandes gesteuert werden. Es gilt, dass bei hohen Aluminiumoxidkonzentrationen im Gasstrom ein röntgenkristallines Pulver erhalten wird.

Die Definition einer hohen Aluminiumchloridkonzentration ist abhängig von der Bauweise des Reaktors, als Anhaltspunkt kann für eine Produktionsanlage ein Bereich zwischen 0,2 und 0,6 kg AlCl₃/m³ Gas dienen.

Wird die Aluminiumchloridkonzentration in der gleichen Produktionsanlage mit dem Faktor 0,4 bis 0,6 multipliziert, resultiert ein weitestgehend röntgenamorphes Pulver.

Neben den Einstellungen, die zu röntgenkristallinem, beziehungsweise weitestgehend röntgenamorphen Pulver führen, ist es auch möglich durch Variation der Aluminiumkonzentration im Gasstrom Pulver zu erhalten, die beispielsweise einen definierten Anteil an röntgenamorphem Aluminiumoxid enthalten.

In einer besonderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann in die Reaktionskammer ein Sekundärgas aus Luft und/oder Stickstoff eingebracht werden. Vorzugsweise nimmt das Verhältnis Primärluft/Sekundärgas Werte zwischen 10 und 0,5 an. Die Einführung eines Sekundärgases kann helfen Anbackungen in der Reaktionskammer zu vermeiden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung des erfindungsgemäßen Aluminiumoxidpulvers als tintenabsorbierende Substanz in Ink-Jet-Medien.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung des erfindungsgemäßen Aluminiumoxidpulvers als Abrasiv.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung des erfindungsgemäßen Aluminiumoxidpulvers in Dispersionen.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung des erfindungsgemäßen Aluminiumoxidpulvers als Füllstoff, als Trägermaterial, als katalytisch aktive Substanz, als keramischen Grundstoff, in der Elektronikindustrie, in der Kosmetikindustrie, als Additiv in der Silikon- und Kautschukindustrie, zur Einstellung der Rheologie von flüssigen Systemen, zur Hitzeschutzstabilisierung, in der Lackindustrie.

Beispiele

5

15

25

30

Analytik

Die BET-Oberfläche der Partikel wird bestimmt nach DIN 66131.

Die Röntgendiffraktogramme werden mittels eines Transmissions-Diffraktometers der Fa. Stoe & Cie Darmstadt, Deutschland ermittelt. Die Parameter sind: CuK alpha-Strahlung, Anregung 30 mA, 45 kV, OED.

Die Dibutylphthalatabsorption wird mit einem Gerät RHEOCORD 90 der Fa. Haake, Karlsruhe gemessen. Hierzu werden 16 g des Aluminiumoxidpulvers auf 0,001 g genau in eine Knetkammer eingefüllt, diese mit einem Deckel verschlossen und Dibutylphthalat über ein Loch im Deckel mit einer vorgegebenen Dosierrate von 0,0667 ml/s eindosiert. Der Kneter wird mit einer Motordrehzahl von 125 Umdrehungen pro Minute betrieben. Nach Erreichen des Drehmomentmaximums wird der Kneter und die DBP-Dosierung automatisch abgeschaltet. Aus der verbrauchten Menge DBP und der eingewogenen Menge der Partikel wird die DBP-Absorption berechnet nach:

DBP-Zahl (g/100 g) = (Verbrauch DBP in g / Einwaage Partikel in g) x 100.

Die Hydroxylgruppendichte wird bestimmt nach der von J.
Mathias und G. Wannemacher in Journal of Colloid and
Interface Science 125 (1988) veröffentlichten Methode durch
Reaktion mit Lithiumaluminiumhydrid.

5 Die Messung der Sears-Zahl wird in EP-A-717008 beschrieben.

Gamma = H₂ zugeführt/H₂ stöchiometrisch benötigt

Lambda = O2 zugeführt/O2 stöchiometrisch benötigt

Beispiel 1:

- 2,76 kg/h AlCl₃ werden in einem Verdampfer verdampft. Die 10 Dämpfe werden mittels eines Inertgases (2,00 Nm3/h) in eine Mischkammer überführt. Getrennt hiervon werden 3,04 Nm³/h Wasserstoff und 10,00 Nm³/h Luft in die Mischkammer eingebracht. In einem Zentralrohr wird das Reaktionsgemisch 15 einem Brenner zugeführt und gezündet. Die Austrittsgeschwindigkeit des Reaktionsgemisches aus dem Brenner beträgt 31,4 m/s. Dabei brennt die Flamme in ein wassergekühltes Flammrohr. Zusätzlich werden in den Reaktionsraum 20 Nm³/h Sekundärluft eingebracht. Das entstandene Pulver wird in einem nachgeschalteten Filter abgeschieden und anschließend im Gegenstrom mit Luft und Wasserdampf bei ca. 600°C behandelt. Die physikalischchemischen Daten des Pulvers sind in Tabelle 2 wiedergegeben.
- Die Beispiele 2 bis 8 werden analog Beispiel 1 durchgeführt. Die Verfahrensparameter und die physikalischchemischen Daten der Pulver sind Tabelle 1 zu entnehmen.
 - Figur 1A zeigt das Röntgendiffraktogramm des Pulvers aus Beispiel 1, Figur 1B das des Pulvers aus Beispiel 4. Das Röntgendiffraktogramm des Pulvers aus Beispiel 1 zeigt deutlich die Signale von Aluminiumoxidmodifikationen. Das

Pulver aus Beispiel 4 zeigt hingegen nur ein ganz schwach ausgeprägtes Signal bei 2 Theta = 67° und ist als weitestgehend röntgenamorph zu bezeichnen. Die Primärpartikel beider Pulver bestehen aus kristallinen Primärpartikeln. Figur 2 zeigt eine hochauflösende TEM-Aufnahme des Pulvers aus Beispiel 4, die diesen Sachverhalt zeigt.

Tabelle 1: Verfahrenseinstellungen und physikalisch-chemische Daten der Al $_2\mathrm{O}_3$ -Pulver

| - | | - | 6 | 6 | 4 | 5 | 9 | 7 | ω |
|---|--------------------|-------|-------------|-------|-------|-------|-------|---------|-------|
| Beispier | 7, 2,1 | 27. 0 | 2 76 | 2.76 | 1,25 | 1,25 | 1,25 | 1,25 | 1,25 |
| ALC13 | Kg/11 | : < | : < | . | 6 | 1,9 | 1,9 | 0,5 | 3,5 |
| Wasserstori | Nill / 11 | 2 0 | - | 0 | , 10 | . 🛁 | 13,8 | 8,25 | 15 |
| Primärlutt | NIM / 11 | 70,00 | 1 0 | ~ I C | 0 | 20,00 | 20,00 | 20,00 | 20,00 |
| Sekundarlurt | MIN / 11 | 00,00 | - | 2.00 | 2,0 | . ~ | 2,00 | 2,00 | 2,00 |
| Inertgas | Mm ³ /h | -1 | ~l · | ٠I - | . ~ | 36,9 | 37,7 | 30,75 | 40,5 |
| Sullille Gabe | kg/Nm ³ | 0,0 | $ \cdot $ | 익 | 0,033 | 0,034 | 0,033 | 0,041 | 0,031 |
| | 762 | , I 🗸 | 4,37 | 4,37 | 6,03 | 6,03 | 6,03 | 1,59 | 11,1 |
| ישרושוות שרשרות חשרות ו | | - | . ~ | 1,31 | 7,38 | 7,27 | 7,45 | 6,91 | 1,79 |
| *************************************** | s/m | - ← | 29,7 | 30,4 | 35,4 | 34,0 | 36,0 | 22,9 | 43,4 |
| vB ロゼローへわらかも1当ぐわら | m2/a | 175 | 104 | 125 | 181 | 124 | 195 | 192 | 101 |
| XRD-Zählrate | | 400 | 500 | 650 | 15 | 5 | 0 | 22 | 10 |
| bei 2 theta=67° | | | | | | | 1 | | 1 |
| DBP-Zahl | g/100g | 280 | 160 | 204 | 284 | 215 | 315 | \circ | רַ רַ |
| OH-Dichte | OH/nm ² | 8,7 | 8,1 | 10,5 | 6'8 | 11,4 | 8,9 | 11,1 | 9,6 |
| Sears-Zahl | m1/2g | 15,3 | 17,8 | 24,5 | 23,1 | 25,3 | 227 | 24,5 | 21,5 |
| Ha | | 5,3 | 5,1 | 5,4 | 2,5 | 5,5 | 5,1 | 5,2 | 5,3 |
| schüttdichte | g/1 | 20 | 19 | 18 | 20 | 21 | 20 | 19 | 19 |
| Stampfdichte | g/1 | 26 | 24 | 26 | 28 | 25 | 28 | 31 | 27 |
| Chloridgehalt | Gew% | 1,2 | 0,8 | 1,0 | 1,3 | 0,9 | 1,4 | 1,4 | 0,7 |
| Anteil > 45 μ m | % | | | | | | | | |
| | | | | | | | • | • | |

 $^*v_{
m B}$ = Austrittsgeschwindigkeit am Brennermund; * bezogen auf Kerngase Primärluft,

Wasserstoff, Inertgas

15

20

25

Patentansprüche:

- 1. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver, bestehend aus Aggregaten von Primärpartikeln, dadurch gekennzeichnet, dass
- es eine BET-Oberfläche von 100 bis 250 m²/g aufweist,
 - die Dibutylphthalatabsorption 50 bis 450 g/100 g Aluminiumoxidpulver beträgt und dass es auf
 - hochauflösenden TEM-Aufnahmen ausschließlich kristalline Primärpartikel zeigt.
 - 2. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine OH-Dichte von 8 bis 12 OH/nm² aufweist.
 - 3. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Chloridgehalt kleiner als 1,5 Gew.-% ist.
 - 4. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Anteil von Partikeln mit einem Durchmesser von mehr als 45 μm in einem Bereich von 0,0001 bis 0,05 Gew.-% liegt.
 - 5. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es im Röntgendiffraktogramm bei einem Winkel 2 Theta von 67° eine Intensität, ausgedrückt als Zählrate, von mehr als 50 aufweist.
 - 6. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Röntgendiffraktogramm Signale von gamma-, theta-und/oder delta-Aluminiumoxid aufweist.
- 7. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es im Röntgendiffraktogramm bei einem Winkel 2 Theta von

10

20

25

67° eine Intensität, ausgedrückt als Zählrate, von weniger als 50 aufweist.

- 8. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass
 - die BET-Oberfläche 120 bis 200 m²/g, die Dibutylphthalatabsorption 150 bis 350 g/100 g Aluminiumoxidpulver, die OH-Dichte von 8 bis 12 OH/nm² beträgt und dass
 - hochauflösende TEM-Aufnahmen nur kristalline Primärpartikel zeigen und
 - im Röntgendiffraktogramm bei einem Winkel 2 Theta von 67° eine Intensität, ausgedrückt als Zählrate, von mehr als 50 aufweist und Signale von gamma-, theta-und/oder delta-Aluminiumoxid aufweist.
- 9. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die BET-Oberfläche 125 bis 150 m²/g ist.
 - 10. Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach den Ansprüchen 1 bis 4 und 7, dadurch gekennzeichnet, dass
 - die BET-Oberfläche 120 bis 200 m²/g, die
 Dibutylphthalatabsorption 150 bis 350 g/100 g
 Aluminiumoxidpulver, die OH-Dichte von 8 bis 12 OH/nm²
 beträgt und dass
 - hochauflösende TEM-Aufnahmen nur kristalline
 Primärpartikel zeigen und
 - im Röntgendiffraktogramm bei einem Winkel 2 Theta von 67° die Intensität, ausgedrückt als Zählrate, von weniger als 50 aufweist.
- 30 11.Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die BET-Oberfläche 135 bis 190 m²/g ist.

10

15

20

- 12. Verfahren zur Herstellung des flammenhydrolytisch hergestellten Aluminiumoxidpulvers gemäß den Ansprüchen 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass man
 - Aluminiumchlorid verdampft, den Dampf mittels eines Traggases in eine Mischkammer überführt und
 - getrennt hiervon Wasserstoff, Luft (Primärluft), die ggf. mit Sauerstoff angereichert und/oder vorerhitzt sein kann, in die Mischkammer überführt, anschließend
 - das Gemisch aus Aluminiumchloriddampf, Wasserstoff und Luft in einem Brenner zündet und die Flamme in eine von der Umgebungsluft abgetrennte Reaktionskammer hinein verbrennt,
 - anschließend den Feststoff von gasförmigen Stoffen abtrennt, und
 - nachfolgend den Feststoff mit Wasserdampf und gegebenenfalls Luft behandelt, wobei
 - die Austrittsgeschwindigkeit des Reaktionsgemisches aus der Mischkammer in den Reaktionsraum mindestens 10 m/s beträgt, und
 - der lambda-Wert zwischen 1 und 10 und
 - der gamma-Wert zwischen 1 und 15 liegt.
- 13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass in die Reaktionskammer ein Sekundärgas aus Luft und/oder Stickstoff eingebracht wird.
- 14. Verfahren nach den Ansprüchen 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis Primärluft/Sekundärgas zwischen 10 und 0,5 liegt.
- 15. Verwendung des flammenhydrolytisch hergestellten
 30 Aluminiumoxidpulvers gemäß den Ansprüchen 1 bis 11, als
 tintenabsorbierende Substanz in Ink-Jet-Medien.

- 16. Verwendung des flammenhydrolytisch hergestellten Aluminiumoxidpulvers gemäß den Ansprüchen 1 bis 11, als Abrasiv.
- 17. Verwendung des flammenhydrolytisch hergestellten Aluminiumoxidpulvers gemäß den Ansprüchen 1 bis 11, in Dispersionen.
- 18. Verwendung des flammenhydrolytisch hergestellten Aluminiumoxidpulvers gemäß den Ansprüchen 1 bis 11, als Füllstoff, als Trägermaterial, als katalytisch aktive Substanz, als keramischen Grundstoff, in der Elektronikindustrie, in der Kosmetikindustrie, als Additiv in der Silikon- und Kautschukindustrie, zur Einstellung der Rheologie von flüssigen Systemen, zur Hitzeschutzstabilisierung, in der Lackindustrie.

20

25

zwischen 1 und 15 liegt.

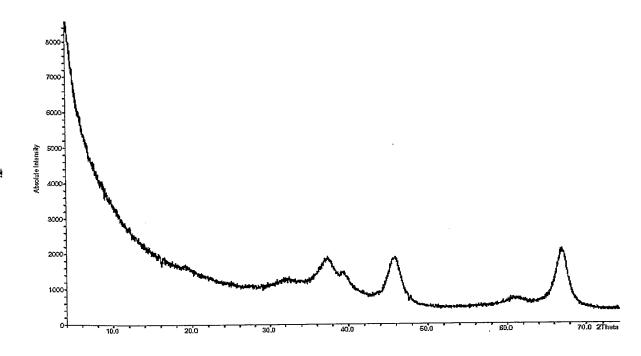
Zusammenfassung

Flammenhydrolytisch hergestelltes, hochoberflächiges Aluminiumoxidpulver

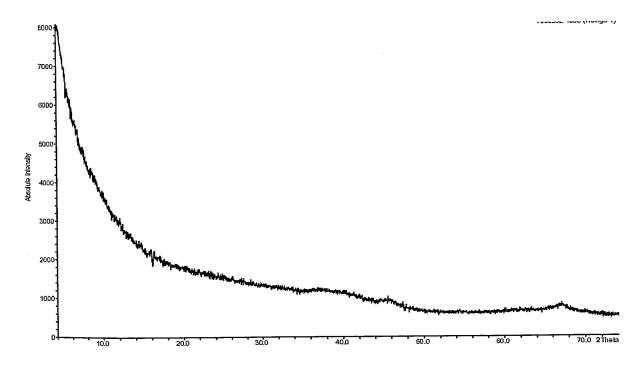
Flammenhydrolytisch hergestelltes Aluminiumoxidpulver, bestehend aus Aggregaten von Primärpartikeln mit einer BET-Oberfläche von 100 bis 250 m²/g, einer Dibutylphthalatabsorption 50 bis 450 g/100 g Aluminiumoxidpulver beträgt, welches in hochauflösenden TEM-Aufnahmen ausschließlich kristalline Primärpartikel zeigt.

Es wird hergestellt, indem man Aluminiumchlorid verdampft, den Dampf mittels eines Traggases in eine Mischkammer überführt und getrennt hiervon Wasserstoff, Luft (Primärluft), die gegebenenfalls mit Sauerstoff angereichert und/oder vorerhitzt sein kann, in die Mischkammer überführt, anschließend das Gemisch aus Aluminiumchloriddampf, Wasserstoff, Luft und in einem Brenner zündet und die Flamme in eine von der Umgebungsluft abgetrennte Reaktionskammer hinein verbrennt, anschließend den Feststoff von gasförmigen Stoffen abtrennt, und nachfolgend den Feststoff mit Wasserdampf und gegebenenfalls Luft behandelt, wobei die Austrittsgeschwindigkeit des Reaktionsgemisches aus der Mischkammer in den Reaktionsraum mindestens 10 m/s beträgt, und der lambda-Wert zwischen 1 und 10 und der gamma-Wert

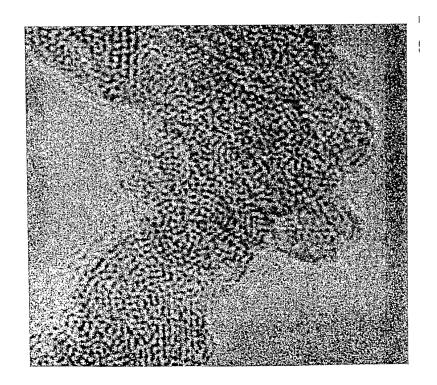
Es kann als tintenabsorbierende Substanz in Ink-Jet-Medien verwendet werden.



Figur 1A



Figur 1B



Figur 2